

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



(19)

(11) Publication number: **03005377 A**

Generated Document.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN(21) Application number: **01135604**(51) Intl. Cl.: **C04B 35/64 H01L 41/24**(22) Application date: **29.05.89**

(30) Priority:

(43) Date of application
publication: **11.01.91**(84) Designated contracting
states:(71) Applicant: **FUJI ELECTRIC CO LTD**(72) Inventor: **MATSUMOTO TOKUKATSU
KAWAMURA YUKINORI
KAMATAKI HIROTERU**

(74) Representative:

**(54) METHOD FOR
CALCINING
PIEZOELECTRIC CERAMIC
FORMED BODY**

(57) Abstract:

PURPOSE: To omit a degreasing stage and to improve production efficiency by using a porous MgO vessel when a mixture of raw powder, a binder and pure water is granulated to form and the formed bodies are placed on one another in the vessel with ZrO₂ powder in between and calcined.

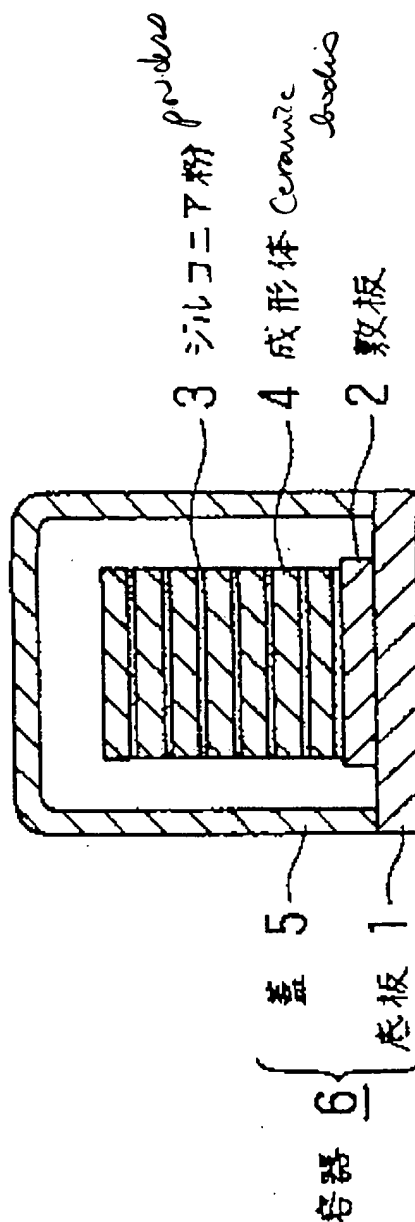
CONSTITUTION: Raw powders are weighed and mixed, a binder and pure water are added to the mixture, the obtained material is granulated and then press-formed to obtain a piezoelectric ceramic formed body 4, and the plural bodies 4 are placed on one another on an alumina bottom board 2 with ZrO₂ powder 3 in between. The assembly is placed in the vessel 6 consisting of a bottom board 1 and a lid 5, and the vessel 6 is introduced into an electric furnace and heated to obtain a piezoelectric ceramic body. A porous MgO vessel

RECEIVED**JUN 08 2003**

TECHNOLOGY CENTER R3700

is used as the vessel 6 in this method. As a result, the decomposed gas from the binder generated when the formed body 4 is heated is discharged to the outside through the pores of the vessel 6 and removed. Accordingly, the formed body is linearly heated from room temp. to the calcination temp. and calcined.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio



⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-5377

⑬ Int.Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)1月11日

C 04 B 35/64
H 01 L 41/24

H

7158-4G

7454-5F H 01 L 41/22

A

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 圧電セラミックス成形体の焼成方法

⑯ 特 願 平1-135604

⑰ 出 願 平1(1989)5月29日

⑱ 発 明 者 松 本 徳 勝 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式会社内

⑲ 発 明 者 河 村 幸 則 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式会社内

⑳ 発 明 者 鎌 滝 裕 輝 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式会社内

㉑ 出 願 人 富士電機株式会社 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

㉒ 代 理 人 弁理士 山 口 巖

明 細 書

1. 発明の名称 圧電セラミックス成形体の焼成方法

2. 特許請求の範囲

1) 原料粉を秤量混合し、バインダーと純水を加えて造粒した後、プレス成形した圧電セラミックスの成形体を焼成するに当たり、前記成形体を複数個ジルコニア粉末をはさんで積み重ねて多孔質のマグネシア容器に収容し、この容器とともに大気中で室温から所定の焼成温度まで直線的に昇温させて所定時間保持した後、放冷することとを特徴とする圧電セラミックス成形体の焼成方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は積層圧電アクチュエータ素子に用いられる圧電セラミックス体を焼成する方法に関する。

(従来の技術)

積層圧電アクチュエータは圧電セラミックス体と内部電極を交互に多数積層し、この内部電極を並列接続して一層おきに異なる極性の電圧を印加し、内部電極に挟まれた圧電セラミックス体を伸

縮させるものであり、低電圧で高速度な伸縮作用が可能であることから、ロボット作動の微小な位置決めなど、メカトロニクスやエレクトロニクス分野における広範囲な利用が期待されている。

このような積層圧電アクチュエータ素子に用いられる圧電セラミックス体は、通常次のようにして製造される。まず酸化鉛(PbO)、二酸化チタン(TiO₂)、酸化ジルコニウム(ZrO₂)、五酸化ニオブ(Nb₂O₅)、酸化ニッケル(NiO)などの酸化物の原料粉を所定の組成となるように秤量配合し、ボールミルを用いてPVAなどの有機系バインダーと純水を加えて24時間湿式法で混合した後粉砕する。次にこれを乾燥して、800℃、2時間仮焼し、ボールミルを用いて再度純水を加えて粉砕する。次に再びバインダー(PVA)を添加して、スラリー調整を行ない造粒した後、プレスして圧電セラミックス体の成形体を作製する。かくして得られた成形体を大気中で1100~1150℃に焼成し、厚さ500~700μmの焼結体とする。

この焼成過程は次のようにして行なうのが普通

である。第5図は焼成時に用いる容器とその中にセットした圧電セラミックス体の成形体を示した模式断面図である。第5図のようにアルミナ製の底板1の上にアルミナ製の敷板2を取せ、この敷板2の上に糊剤としてジルコニア粉3を敷き、さらに成形体4とジルコニア粉3とを交互に積み重ね、成形体4を5〜10枚程度積む。そしてアルミナ製の蓋5を底板1の上にかぶせ、底板1と蓋5とでアルミナ製の容器6とし、その中に積み重ねられた成形体4が収容されるようにした後、この容器6全体を電気炉に装入して加熱することにより圧電セラミックス体を得るが、そのとき容器6が組成のPb成分の蒸発して逃げるのを防いでいる。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら以上の圧電セラミックス成形体の焼成過程には次のような問題がある。第5図に示したアルミナ製の容器6は強度、耐火度が大きい加熱容器であるが、緻密な材料であるために、成形体中に含まれるバインダーの加熱中に生ずる分

解ガスが外部に逃げるのができず、これが焼結体中に残って空孔を形成し、圧電セラミックス体の特性低下の原因となる。したがって成形体の焼成過程では第6図の温度プログラムの形に示すように、50℃/hrの昇温速度で550℃に5時間保持してバインダーの分解ガスを外部に放散させるが、その時第5図のアルミナ製の容器6の蓋5を取り外し、容器6をオープンの状態にしなければならない。そして一旦室温に戻した後、昇温速度100℃/hrで1150℃に2時間保持し、成形体4を焼成するのであるが、このような温度プログラムを用いることは焼成過程を終了するまでに二度の加熱冷却を行なわなければならない。そのために必要な作業などを含めて焼成工程に長時間を要し、製造効率を極めて低下させている。

本発明は上述の点に鑑みてなされたものであり、その目的は圧電セラミックスの成形体の焼成を行なう際に、バインダー除去のための加熱過程を省略しても、良好な特性の得られる圧電セラミックス体の焼成方法を提供することにある。

(課題を解決するための手段)

上記課題を解決するために、本発明の圧電セラミックス成形体の焼成方法は、複数個の成形体をジルコニア粉末をはさんで積み重ねてマグネシア容器に収容し、この容器とともに大気中で室温から焼成温度まで直線的に昇温させて所定時間保持した後、放冷するものである。

(作用)

上記のように本発明の方法は、焼成時に成形体を収容する容器に多孔質マグネシア容器を用いているので、バインダーの分解ガスを除去するための550℃の温度設定をする必要がなく、室温から直線的に焼成温度まで直線的に昇温させる過程でバインダーの分解ガスは多孔質マグネシア容器の気孔から脱気し、得られる焼結体にはバインダー分解ガスはなんら影響を与えることがない。またこの容器は成形体組成中のPb成分が逸脱するのを防ぎ、アルミナ容器を用いたときと同様に安定な組成をもった焼結体を得ることができ、圧電セラミックス体は良好な特性を示す。

(実施例)

以下本発明を実施例に基づき説明する。

本発明の焼成方法は、圧電セラミックス体の成形体に含まれるPb成分が蒸発して失われるのを防ぐために成形体を容器に入れて焼成することは、従来の場合と同じであるが、その際使用する容器をアルミナ製ではなく、多孔質のマグネシア製とした点および焼成の温度プログラムが従来と異なる所である。したがって成形体の作製方法およびこれを積み重ねて容器に収容した状態は第5図に示した模式断面図と同じであるから、その説明は省略するが、再び第5図を参照して述べる。

本発明で使用する容器6は純度97%、見掛けの気孔率20%程度の多孔質マグネシア製である。多孔質マグネシア製の容器6を用いると、その中に置かれている成形体4から昇温中に生ずるバインダーの分解ガスは、容器6の粒界部の気孔を通して外部に逃すことができる。そのため焼成の温度プログラム図を第1図のようにすることができる。すなわち、成形体4の焼成過程における昇温は第

1 図のごとく、室温から50℃/hrの速度で焼成温度1150℃まで直線的に昇温させ、この温度で2時間保持した後放冷する。このとき成形体4から生ずるバインダーの分解ガスは、成形体4がその焼成温度1150℃に到達するまでに、容器5の気孔を通して外部に放散されるから、とくにバインダー除去のための550℃で5時間処理するという温度プログラムを設定する必要がなくなる。このことは第1図と第6図の比較からわかるように、焼成時間の大幅な短縮を可能にするものである。

なお本発明の場合もアルミナ製の敷板2の上に、ジルコニア粉3を成形体4の間に敷いて成形体4を積み重ねるが、成形体4の一度に積み重ねる枚は、5枚以下では押さえが利かず、成形体4に反りが生ずる恐れがあり、10枚以上では重量が大きくなり収縮が均一に行なわれにくくなるので5～10枚程度とするのがよい。また成形体4を積み重ねたブロックの数を増し、容器5の内容積の大きなものを用いれば、量産効果が期待できるのは当然である。

形体を緻密なアルミナ製の容器に入れて行なうときは、昇温途中で成形体に含まれているバインダーを除去するために、一旦容器の蓋を外して中間温度で保持する過程が必要であるのに対して、本発明のように、多孔質マグネシア製の容器を用いて、これに成形体を収容して焼成することにより、昇温中にバインダーの分解ガスが、多孔質マグネシア容器の空孔から外部に放散するので、焼成の温度プログラムを室温から焼成温度まで直線的に昇温させることができ、その結果、成形体の焼成に要する時間が大幅に短縮し、圧電セラミックス焼結体の製造効率が高められ、しかも得られた焼結体の圧電特性は従来となんら遜色のない良好な値を有する。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の方法における圧電セラミックス成形体の焼成温度プログラム図、第2図は本発明の方法により得られた圧電セラミックス焼結体の焼成温度と密度の関係線図、第3図は同じく焼成温度と比誘電率の関係線図、第4図は同じく焼

次に以上のようにして作製した圧電セラミックス焼結体の密度を焼成温度との関係で第2図の線図に示した。焼結体の密度は8.2を示し、この値は従来と変る所がない。第3図、第4図は本発明の方法により得られた焼結体を用いて、積層形圧電アクチュエータ素子を組んで圧電特性を求め、特性値を焼結体の焼成温度との関係で表わした線図である。第3図は比誘電率(ϵ/ϵ_0)であり、1100℃で大きく立ち上がり、1150℃付近でピーク値5700が得られる。第4図は電気機械結合係数(K_p)であり、同様に1150℃付近で0.5以上となる。 ϵ/ϵ_0 および K_p の値はいずれも従来のアルミナ製の容器を用いて圧電セラミックスを焼成した場合と同等であり、本発明のごとく、マグネシア製の容器を用いて、バインダー除去過程の温度プログラムを省略した焼成を行なったときも、良好な圧電特性を有する焼結体が得られることを示すものである。

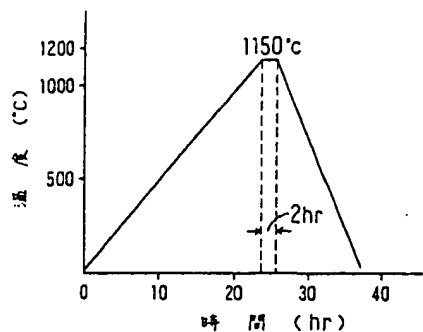
(発明の効果)

圧電セラミックスの成形体を焼成する際に、成

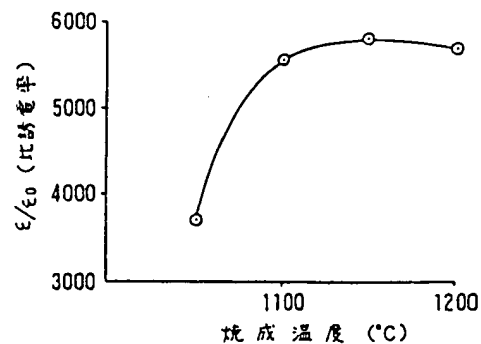
成温度と電気機械結合係数の関係線図、第5図は焼成時の容器に収容した成形体の状態を示した模式断面図、第6図は従来の焼成温度プログラム図である。

1：底板、2：敷板、3：ジルコニア粉、4：成形体、5：蓋、6：容器。

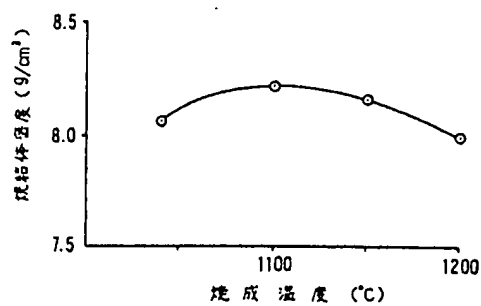
代理人 山 口 巖



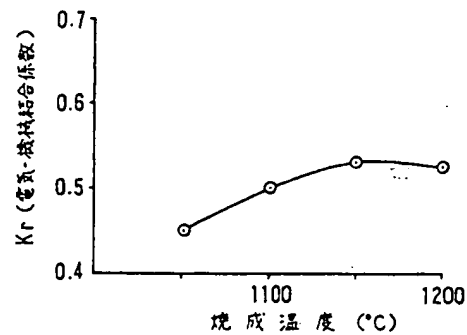
第 1 図



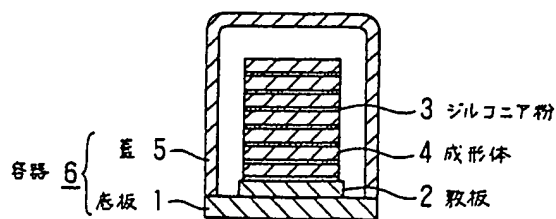
第 3 図



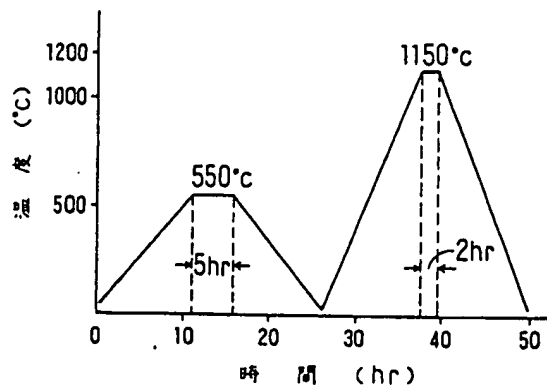
第 2 図



第 4 図



第 5 図



第 6 図